TC16 钛合金辊模拉丝过程中的显微组织和力学性能

张志强 董利民 关少轩 杨 锐

(中国科学院金属研究所 沈阳 110016)

摘 要 利用 XRD、SEM 和 TEM 等手段分析了 TC16 钛合金辊模拉丝变形过程中的相组成和显微组织的变化情况，并对不同应变的辊模拉丝变形丝材进行了室温拉伸性能与显微硬度测试。结果表明，在辊模拉丝变形过程中，TC16 钛合金丝材主要由 α 相和 β 相组成，部分β相发生应力诱发α''马氏体相变；随着辊模拉丝真应变的增加，TC16 钛合金丝材的显微组织明显细化，当真应变达到 2.14 时，横截面和纵截面中的α相和β相纤维状组织厚度均约为 0.3 μm，两相衍射斑点已经近似环状，表明两相显微组织也明显细化；随着辊模拉丝真应变的增加，TC16 钛合金丝材的抗拉强度和显微硬度大幅提高，当真应变达到 2.14 时，TC16 钛合金丝材的显微硬度由初始的 266 HV 提高到 365 HV。

关键词 TC16 钛合金，辊模拉丝，显微组织，力学性能，晶粒细化

中图法分类号 TG142 文章编号 0412-1961(2017)×-××-×

Microstructure and Mechanical Properties of TC16 Titanium Alloy by Room Temperature Roller Die Drawing

ZHANG Zhiqiang, DONG Limin, GUAN Shaoxuan, YANG Rui

Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China

Correspondent: DONG Limin, professor, Tel: (024)23971942, E-mail: lmdong@imr.ac.cn

Supported by Doctoral Scientific Research Starting Foundation of Liaoning Province (No.20141143)

Manuscript received 2016-09-21，in revised form 2016-11-23

ABSTRACT Grain refinement is a challenging topic to improve mechanical properties of metallic materials, especially for titanium alloys which show great potential in aerospace and medical implants areas thanks to the low density and good corrosion resistance. However, severe plastic deformation (SPD) technologies which have been commonly used in laboratory in smaller scale are difficult to be realized in industrial. Considerable researches are therefore paying attention to the development of new technologies for improvement of grain

资助项目 辽宁省博士科研启动基金项目 No.20141143

收稿日期 2016-09-21 定稿日期 2016-11-23

作者简介 张志强，男，1981 年，副研究员，博士

通讯作者 董利民，lmdong@imr.ac.cn，主要从事先进钛合金材料的研究

DOI 10.11900/0412.1961.2016.00424

refinement at relatively lower strains. In this work, the dual phase TC16 titanium alloy showing excellent room temperature ductility was investigated with emphasis on the feasibility of producing ultrafine grains by roller die drawing at room temperature. The techniques of XRD, SEM, TEM, Vickers hardness test and tensile test were employed to analyze the phase constitutes, microstructure evolutions and preliminary mechanical properties of the alloy deformed at different conditions. Results reveal that TC16 titanium alloy mainly consists of α and β phase after roller die drawing at room temperature, a small quantity of stress-induced α'' martensite can be additionally identified inside β grains. The grain sizes of α phase and β phase decrease with strain increasing, which result to enhanced tensile strength and Vickers hardness. Indeed, the fibrous morphology of both α phase and β phase with 0.3 μm in thickness and a high value of 365 HV in Vickers hardness were revealed at the applied true strain of 2.14. Ultra-fine grains evidenced by a near-ring SAED spots were therefore achieved in the present case.

KEY WORDS TC16 titanium alloy, roller die drawing, microstructure, mechanical property, grain refinement

晶粒细化是金属材料的一种极为重要的强化方式，它在实现材料高强度的同时，可保证材料良好的塑性和韧性，完全不同于传统的以合金元素添加及热处理为主要手段的强化思路，借此可充分挖掘材料潜力，使其获得最佳的综合使用性能。

目前，国内外学者普遍采用剧烈塑性变形(severe plastic deformation, SPD)技术，如等通道角挤压(ECAP)、高压扭转变形(HPT)、累积叠轧技术(ARB)和静液挤压(HE)制备纳米晶和超细晶结构的 α[1~6]、$\alpha+\beta$[3,7~12]和 β[13~17]钛合金。该方法是在不改变金属材料尺寸、不考虑初始显微组织的前提下，通过施加很大的剪切应力，在相对较高温度和高压下获得大塑性应变(真应变一般超过 6~8)，从而引入高密度位错，能够将平均晶粒尺寸细化到 200 nm 以下，获得由均匀等轴晶组成、大角度晶界占多数的超细晶结构材料。但是，SPD 工艺较为复杂，重复性较差，难以进行大规模工业化生产；其次，由于钛合金的变形抗力大，成形温度高且需要多道次变形才能达到细化效果，对设备要求高，生产成本高。

为了实现超细晶材料的工业规模生产，材料学者开始挖掘 $\alpha+\beta$ 钛合金的显微组织和变形特点，尝试采用应变较小的形变热处理方法制备晶粒尺寸细小的 Ti-6Al-4V (质量分数，%，下同)钛合金。Semiatin 等[18]在研究不同转变 β 组织对 Ti-6Al-4V 钛合金热压缩变形影响的基础上，提出通过降低变形温度或采用初始晶粒尺寸细小(尤其是降低钛合金中 α 片层厚度)的 Ti-6Al-4V 合金能够有效降低材料的最终晶粒尺寸和加工变形量。Zherebtsov 等[19]、Park 等[20]和 Matsumoto 等[21]分别采用高温压缩细小针状马氏体组织的 Ti-6Al-4V 合金，塑性真应变仅为 1.2~1.4，就在压缩试样剪切带中观察到了细小等轴 α 晶粒，其晶粒尺寸 0.5~2 μm。但是，采用形变热处理技术细化晶粒，因变形过程中存在回复和再结晶，晶粒细化有限，难以制备出超细晶材料，并且制备出的材料晶粒尺寸不均匀。

冷加工也是一种通过细化组织进而提高强度的重要途径。但是，常用 Ti-6Al-4V 钛合金的初始晶粒尺

寸约为 10 μm，且室温变形能力有限，导致其冷加工过程中需要多次退火，晶粒细化有限。相反，TC16 钛合金，名义成分为 Ti-3Al-4.5V-5Mo，具有优异的室温塑性，能够实现冷镦成形，并且 α 相和 β 相的晶粒尺寸为 1~2 μm，有可能在相对较小的应变下实现晶粒尺寸的有效细化。本文作者前期[22]在 TC16 钛合金的室温单向压缩实验发现，当压缩真应变达到 1.4 (变形量为 75%)时，在压缩试样剧烈变形区中的 α 相和 β 相中均观察到了纳米晶，α 相和 β 相的晶粒尺寸分别为 50 和 100 nm；但由于室温压缩变形不均匀，除了纳米晶外，合金中还存在大尺寸晶粒。另外，位错滑移和应力诱发 α''马氏体分别是 α 相和 β 相的主要变形机制。

在 TC16 钛合金室温压缩变形实验基础上，本工作选用摩擦力小、单道次变形量大且变形后材料组织均匀的辊模拉丝技术[23~25]，开展 TC16 钛合金室温辊模拉丝的显微组织和塑性变形行为的研究，探索工业规模生产晶粒均匀的超细晶钛合金丝材的方法。

1 实验方法

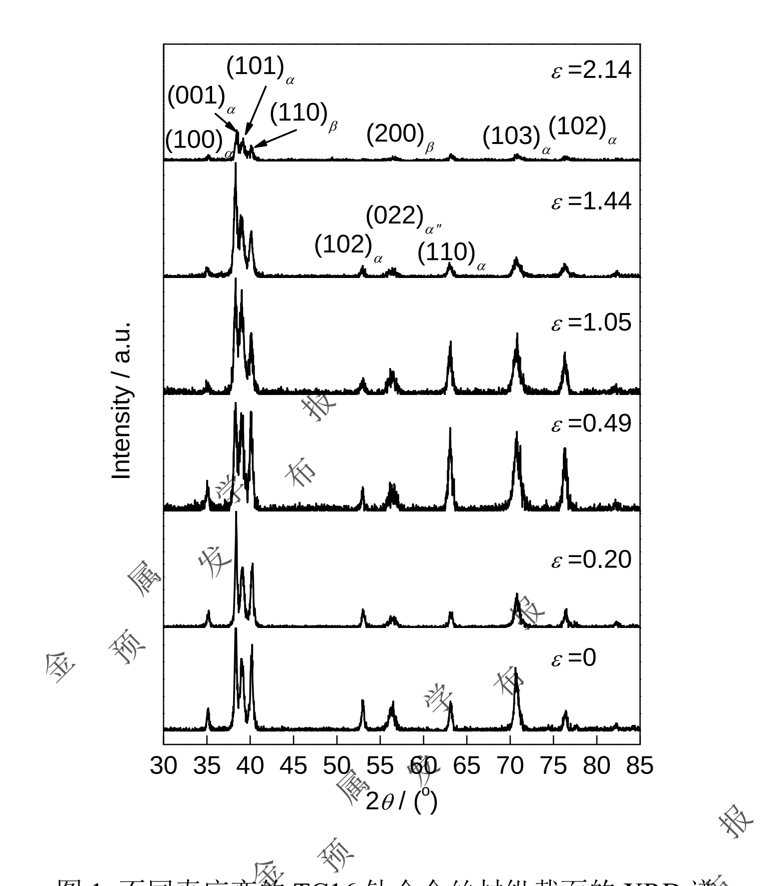
采用 3 次真空自耗熔炼制备出 TC16 钛合金铸锭，然后铸锭经开坯、锻造、轧制、拉丝、退火等工艺，制备出直径为 10.5 mm 的丝材。随后，进行了 TC16 钛合金室温辊模拉丝实验，经过多道次的拉丝变形至直径 3.6 mm。真应变$\varepsilon=\ln(A_0/A)$，其中 A_0 为原始丝材的横截面面积，A 为变形后丝材的横截面积[26]。选取真应变分别为 0、0.08、0.20、0.49、1.05、1.44 和 2.14 的 TC16 钛合金丝材进行了显微组织分析和室温力学性能实验。物相分析采用 D/max-2400PC X 射线衍射仪(XRD, CuK_α)进行。显微组织分析采用 SSX-550 扫描电镜(SEM)和 JEM-2100 透射电镜(TEM)进行。在 TC16 钛合金横截面 SEM 像基础上，手动描绘出α相晶粒轮廓，定量测量晶粒的面积，然后使用面积法计算α相的晶粒尺寸大小；在变形过程中，横截面上α相尺寸由初始的等轴组织转变为纤维组织，为了更好地对比辊模拉丝变形前后α相尺寸，采用等效圆直径统一变形前后α相的尺寸形状，进而揭示横截面组织中α相的尺寸变化情况。在 TC16 钛合金纵截面 SEM 像基础上，分别测量α相的长度和宽度，从而获得纵截面上α相长宽比变化情况。拉伸实验在 AG-100KN 万能力学试验机上进行，拉伸速率为 1 mm/min；拉伸试样按照 GB228.1-2010 标准制成 M6 标准拉伸试样；限于拉伸试样尺寸要求，辊模拉丝变形后直径小于 6 mm 的丝材未进行室温拉伸实验。用 Leco AMH43 型全自动显微硬度仪测量 Vickers 硬度，载荷 200 g，保压时间 10 s。

2 实验结果与讨论

2.1 室温辊模拉丝变形后的 TC16 钛合金相组成

图 1 为不同真应变的 TC16 钛合金丝材纵截面 XRD 谱。可以看出，在辊模拉丝变形过程中，TC16 钛合金丝材主要由 α 相和 β 相组成。在真应变 0.20~2.14 的试样中，55°~58°衍射峰宽化且不对称，该现象在亚稳β钛合金变形过程中有过报道[27,28]，认为该峰是由$(200)_\beta$衍射峰和$(022)_{\alpha''}$衍射峰组成。由于 α''马氏体与α相、β相衍射峰位置接近，导致衍射峰较多重合，为了更清晰揭示 55°~58°衍射峰的组成，对真应变 1.05 的 TC16 钛合金丝材的 55°~58°衍射峰进行了分峰处理，具体见图 2。可以看出，该衍射峰不对称，经标定

确认该峰由$(022)_{\alpha''}$衍射峰和$(200)_{\beta}$衍射峰组成。在辊模拉丝变形过程中，TC16 钛合金中部分 β 相在应力诱发作用下转变为 α''马氏体，该相变行为在 TC16 钛合金的冷轧变形[29]和室温压缩变形[22]过程中有过报道。



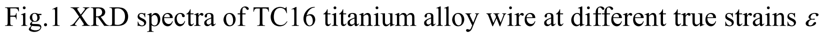


图 1 不同真应变的 TC16 钛合金丝材纵截面的 XRD 谱

Fig.1 XRD spectra of TC16 titanium alloy wire at different true strains ε

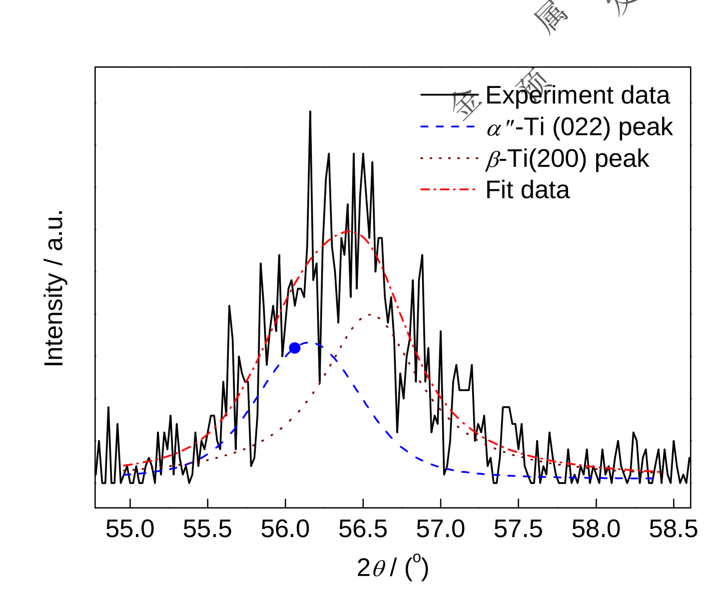


图 2 真应变为 1.05 的 TC16 钛合金丝材纵截面 55°~58°衍射峰的 XRD 谱分峰结果

Fig.2 Detailed XRD patterns corresponding to 55°~58° of TC16 titanium alloy wire at ε =1.05

TC16 钛合金室温辊模拉丝变形过程中，部分 β 相能够发生应力诱发 α'' 马氏体转变，可能存在 2 方面原因：一是退火态的 TC16 钛合金整体的 β 稳定性系数(通常用 β 相稳定元素的 Mo 当量表示)为 8，但是，本工作中β相的稳定性系数经测定为 13，其马氏体相变开始温度 M_s 低于室温，但是，当外界施加应力，就会提高马氏体转变温度，促进$\beta \rightarrow \alpha''$相变；另一个原因可能是与 α 相和 β 相两相之间的相互作用力有关[30~35]，在 TC16 钛合金辊模拉丝变形过程中，由于 α 相和 β 相的弹性模量不同，两相产生的应变不同，为了保证 α/β 相界面处的应变连续性，界面产生相互作用力，提高了两相各自承受的应力，进而提高了剪切应力，从而克服 β 相与马氏体之间的自由能差，使 β 相发生应力诱发 α'' 马氏体相变。

2.2 辊模拉丝过程中的 TC16 钛合金显微组织演化

图 3 为不同真应变的 TC16 钛合金横截面和纵截面显微组织的 SEM 像。可以看出，横向组织与辊模拉丝变形方向垂直，纵向组织与辊模拉丝变形方向平行。图 3 中黑色衬度为α相，灰白色衬度为β相。从图 3a 和 b 可以看出，在未变形的初始态 TC16 钛合金试样中，α相均匀分布在β相基体上，α相和β相晶粒呈等轴状，且 2 相晶粒尺寸比较接近，经统计α相和β相体积分数分别约为 53.5%和 46.5%。

从图 3 中可以看出，随着真应变的增加，TC16 钛合金丝材的横截面显微组织中α相和β相尺寸均减小，两相颗粒数目增加；当真应变达到 1.05 后(图 3e)，大多数α相和β相由原始的近似等轴状转变为纤维状。这主要是因为在辊模拉丝变形过程中，丝材横截面受到两向压应力，在该应力状态作用下，α相和β相发生塑性变形，使得两相长度伸长，厚度变薄。当真应变达到 2.14 后(图 3g)，α相和β相得到了明显细化，两相纤维组织厚度均约为 0.3 μm。

随着真应变的增加，TC16 钛合金丝材的纵截面显微组织中近似等轴的α相和β相逐渐被拉长，且两相的位向逐渐转向辊模拉丝方向；当真应变达到 0.49 时，α相和β相被拉长呈纤维状，等轴状相基本消失；当真应变达到 1.05 时，α相和β相位向已经基本平行于辊模拉丝方向；随着真应变的增加，纤维状α相和β相逐渐拉长，厚度变薄，长宽比增大；当真应变达到 2.14 时，α相和β相的长宽比大幅提高，两相的厚度大幅降低，均为 0.3 μm。

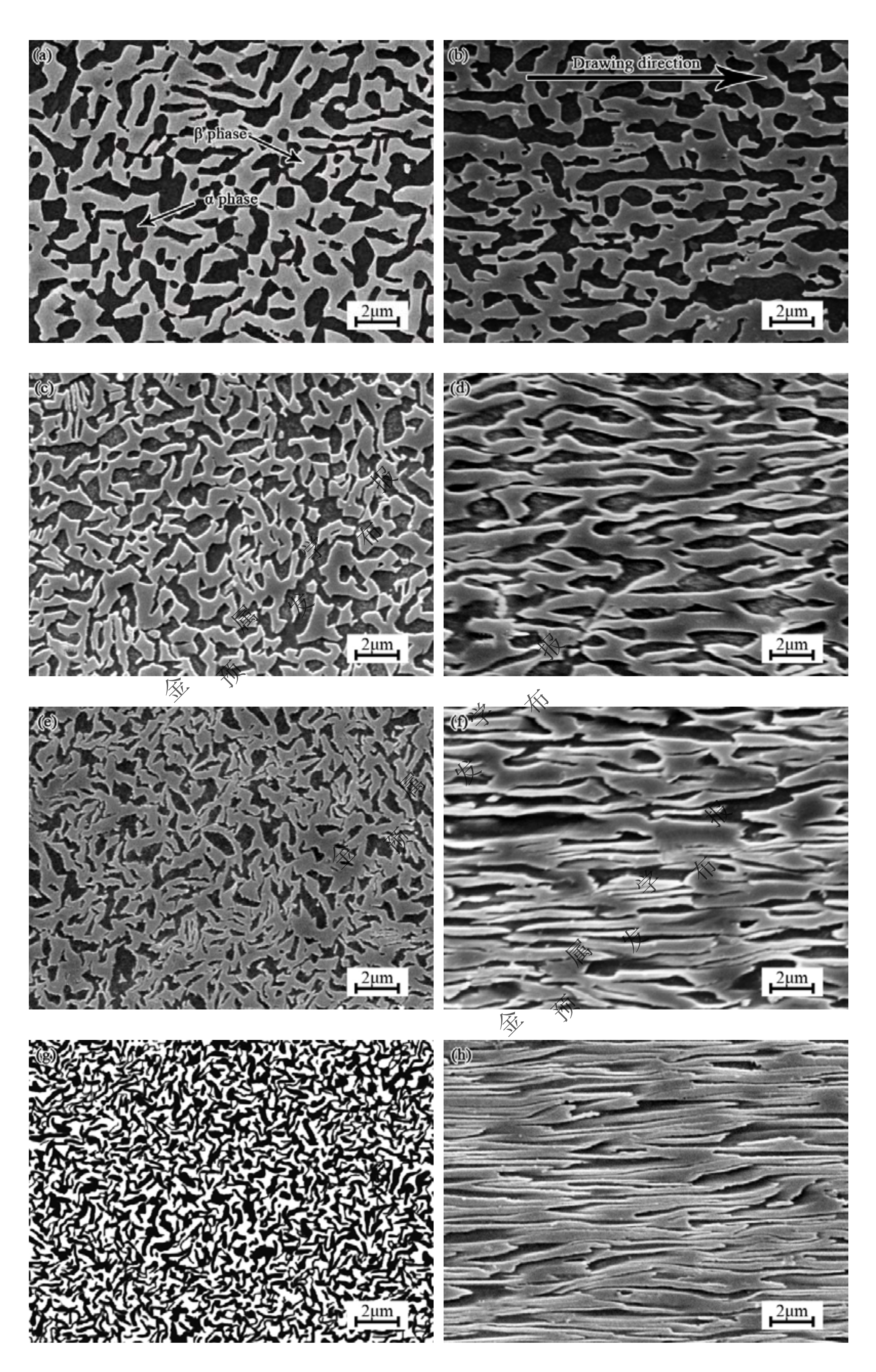


图 3 不同真应变的 TC16 钛合金丝材横截面和纵截面显微组织的 SEM 像

Fig.3 Transverse section (a, c, e, g) and longitudinal section (b, d, f, h) SEM image of TC16 titanium alloy wire with true strains of 0 (a, b), 0.49 (c, d), 1.05 (e, f) and 2.14 (g, h)

图 4a 为不同真应变的 TC16 钛合金丝材横截面上α相尺寸变化情况。可以看出，在初始态 TC16 钛合金横截面显微组织中，α相的平均尺寸为 1.2 μm，当真应变为 0.49、1.05、1.44 和 2.14 时，α相平均尺寸分别为 1、0.71、0.55 和 0.37 μm。可见，随着真应变的增加，α相的平均尺寸近似呈线性下降关系。在辊模拉丝变形过程中，TC16 钛合金横截面组织中β相的尺寸与α相尺寸相近，变化趋势相似。

图 4b 为不同真应变的 TC16 钛合金丝材纵截面上α相长宽比变化情况。可以看出，初始态 TC16 合金纵截面显微组织中，α相的平均长宽比为 2.3，当真应变为 0.2、0.49、1.05、1.44 和 2.14 时，α相的平均长宽比分别为 2.4、3.2、5.8、8.0 和 11.1。这些结果表明，随着应变的增加，在一向拉应力和两向压应力的作用下，纵向上的α相由等轴状转变为纤维状，并逐渐拉长、厚度变小。在辊模拉丝变形过程中，TC16 钛合金纵截面组织中β相长宽比变化与α相变化趋势相似。

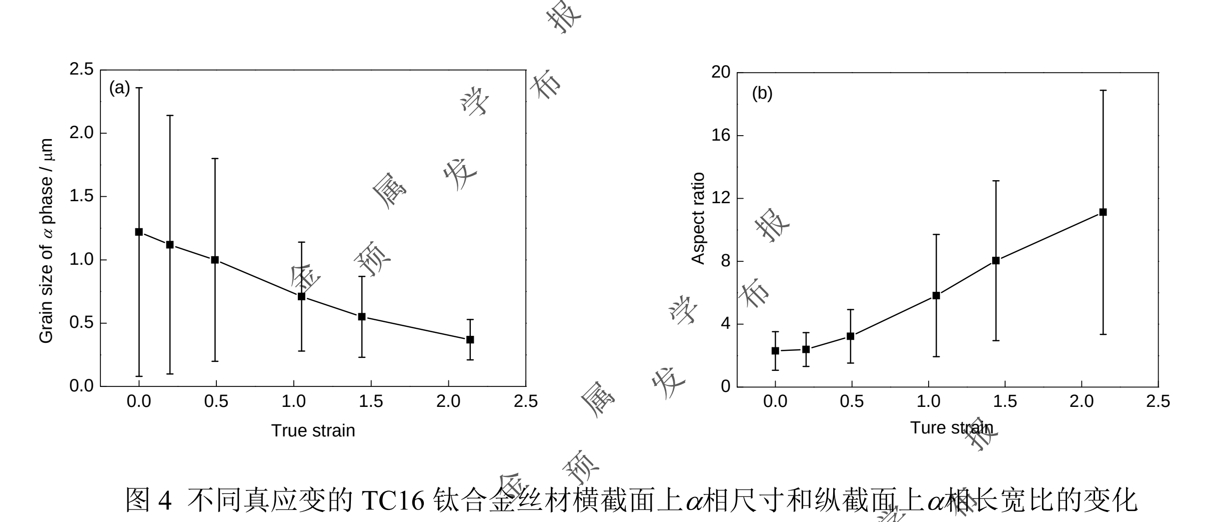


图 4 不同真应变的 TC16 钛合金丝材横截面上α相尺寸和纵截面上α相长宽比的变化

Fig.4 Changes of grains size in transverse section (a) and aspect ratio in longitudinal section (b) of α phase in TC16 titanium alloy wire with the increase of true strain

图 5a 是真应变 2.14 的 TC16 钛合金丝材横截面 TEM 像、α相和β相的电子衍射斑点。黑色衬度为α相，灰白色衬度为β相，α/β相之间的相界相对清晰，靠近α/β相界的α相和β相内位错密度相对较高，出现了较多位错缠结与细小的位错胞和亚晶界，而远离α/β相界的α相和β相内位错密度相对较低，位错缠结相对较少，位错胞和亚晶界尺寸偏大。靠近α/β相界的α相和β相位错密度高的原因，是在 TC16 钛合金辊模拉丝变形过程中，由于α相和β相之间的协调变形，相界面处两相间应力较大，从而使α/β界面处的α相和β相变形程度高，两相内位错密度高、位错胞和亚晶界尺寸细小。从图 5a 中插图可以看出，α相和β相的衍射斑点已经接近连续环状，表明两相组织均得到了一定的细化；在β相的衍射斑点上，观察到 α''马氏体的衍射斑点；通过对比两相衍射斑点的成环情况可以看出，α相的细化效果要低于β相。

图 5b 是真应变 2.14 的 TC16 钛合金丝材纵截面 TEM 像、α相和β相的电子衍射斑点。可以看出，α相和β相之间的边界相对模糊，α相和β相交替排列，靠近和远离α/β界面的两相内位错密度相差不大，且两相内都形成了大量的位错缠结和位错胞。从图 5b 中插图中可以看出，α相和β相的衍射斑点已经拉成环状，

表明两相组织均得到了一定的晶粒细化；在β相的衍射斑点上，观察到 α''马氏体的衍射斑点。

从上述不同真应变的 TC16 钛合金丝材显微组织中可以看出，采用室温辊模拉丝工艺可以有效细化α相和β相，横截面和纵截面上两相的宏观尺寸已降至 0.3 μm，且两相衍射斑点已经近似环状。对比两相衍射斑点可以发现，β相的细化程度高于α相，这是由于β相属于 bcc 结构，拥有较多的滑移系，易于变形；并且在室温辊模拉丝变形过程中，β相中发生应力诱发 α''马氏体相变，α''马氏体的出现有效切割了β相，有效促进了尺寸细化。

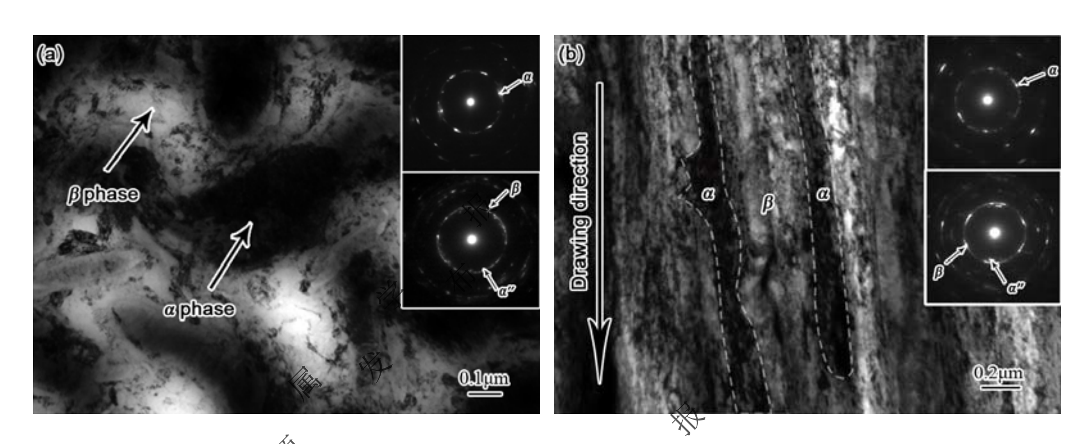


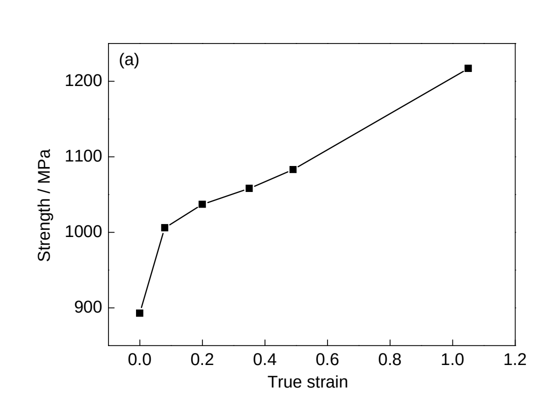
图 5 2.14 真应变的 TC16 钛合金丝材横截面和纵截面的 TEM 像和选区电子衍射图

Fig.5 Transverse section (a) and longitudinal section (b) TEM images and corresponding SAED patters (insets) in TC16 titanium alloy wire with ε=2.14

2.3 不同真应变的 TC16 钛合金丝材室温力学性能

图 6a 为不同真应变的 TC16 钛合金丝材的室温抗拉强度变化情况。可以看出，随着真应变的增加，TC16 钛合金丝材的抗拉强度逐渐升高。原始 TC16 钛合金丝材的抗拉强度为 893 MPa；当真应变为 0.08 时，抗拉强度增加了 113 MPa，提升至 1006 MPa；随后随着真应变的增加，抗拉强度的增幅降低；当真应变达到 1.05 时，抗拉强度为 1217 MPa，与原始丝材相比，抗拉强度提高了 324 MPa。

图 6b 为不同真应变的 TC16 钛合金丝材的室温塑性变化情况。可以看出，真应变在 0~1.05 范围内的 TC16 合金丝材的断面收缩率几乎不变，维持在 60%左右；当真应变提高至 0.08 时，延伸率由 23%降至 14.5%，随后随着真应变的增加，延伸率变化不大，维持在 14%左右。真应变为 1.05 的丝材，其塑性依然较好，这是由于 1.05 的辊模拉丝真应变远未达到 TC16 钛合金室温变形极限，仍可进一步变形。



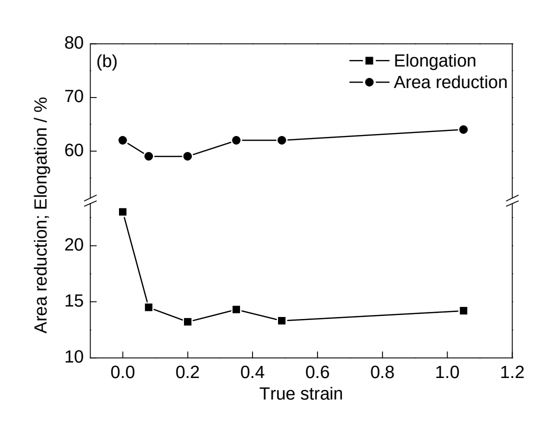


图 6 真应变对 TC16 钛合金丝材室温拉伸性能的影响

Fig.6 Effects of true strain on strength (a) and plasticity (b) of TC16 titanium alloy in roller die drawing

图 7 为不同真应变的 TC16 钛合金丝材的纵截面显微硬度。可以看出，随着真应变的增加，显微硬度持续增大。原始 TC16 钛合金丝材的显微硬度为 266 HV；当真应变为 0.08 时，显微硬度为 282 HV，增幅 16 HV；随着真应变的增加，增幅减小；当真应变达到 1.05 时，显微硬度为 320 HV；当真应变达到 2.14 时，显微硬度为 365 HV，与原始丝材相比，显微硬度提高了 99 HV。

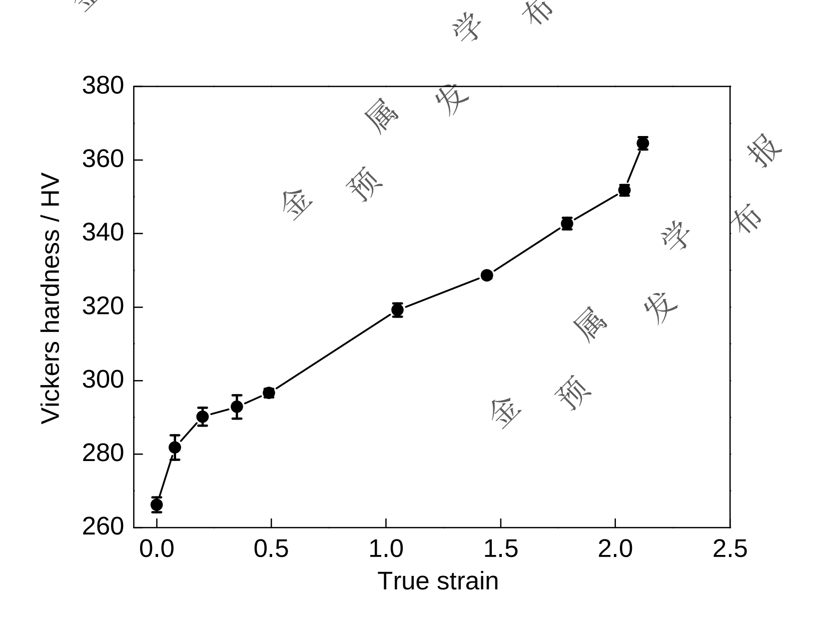


图 7 不同真应变的 TC16 钛合金丝材纵截面显微硬度

Fig.6 Vickers hardness of longitudinal section of TC16 titanium alloy wire at different ε

根据 Hall-Patch 公式[36]可知，随着晶粒尺寸的减小，材料的强度和硬度逐步提高。在 TC16 钛合金室温辊模拉丝变形过程中，α相和β相的尺寸由初始的 1.2 μm 降低到约 0.3 μm，两相的晶粒尺寸得到了有效细化，相界面增多，在随后的拉伸和显微硬度实验中，相界面阻碍位错滑移变形，使位错滑移距离降低，从而导致 TC16 钛合金丝材强度和硬度大幅提高。另外，变形后的α相和β相中存在大量的位错缠结、位错胞和亚晶界，这些缺陷也会阻碍位错滑移，提高材料的强度和硬度。

室温辊模拉丝真应变为 1.05 的 TC16 钛合金丝材中，α相和β相的平均尺寸约为 0.71 μm，其显微硬度

为 320 HV，抗拉强度达到 1217 MPa，达到采用 SPD 技术制备的纯 Ti 超细晶材料抗拉强度水平(1250~1280 MPa)[3]。随着真应变增加到 2.14 时，α相和β相的平均尺寸约为 0.3 μm，TC16 钛合金的显微硬度提高至 365 HV，其抗拉强度将超过 1300 MPa，达到采用 SPD 技术制备的超细晶 Ti-6Al-4V 合金强度水平(1300~1370 MPa)[3]。室温辊模拉丝变形的 TC16 钛合金在小应变条件下，强度水平仍与 SPD 技术制备的 Ti-6Al-4V 钛合金相近，这可能是由于 TC16 钛合金中β相体积分数高达 46.5%，Ti-6Al-4V 合金β相体积分数仅为 8%；TC16 钛合金中β相体积分数较高，α/β界面较多，且在室温辊模拉丝变形过程中，β相容易发生应力诱发 α'' 马氏体相变，从而使组织细化速率较快；另外，由于α相和β相塑性变形性能不同，导致相界面处位错密度增加，从而使 TC16 钛合金材料的强度得到较大提升。

3 结论

(1) 在辊模拉丝变形过程中，TC16 钛合金丝材主要由 α 相和 β 相组成；并在真应变为 0.20~2.14 的试样中，出现了 α'' 马氏体的(022)衍射峰，说明 β 相发生了应力诱发 α'' 马氏体相变。

(2) 采用室温辊模拉丝工艺可以实现 TC16 钛合金丝材的晶粒细化。当真应变达到 2.14 时，横向和纵向的α相和β相明显细化，两相纤维状组织厚度均约为 0.3 μm，两相显微组织也得到较大细化，且两相衍射斑点已经近似环状。

(3) 经过室温辊模拉丝变形的 TC16 钛合金丝材，抗拉强度和显微硬度大幅提高。当真应变达到 1.05 时，TC16 钛合金丝材的抗拉强度由初始的 893 MPa 提高至 1217 MPa，提高了 324 MPa；当真应变达到 2.14 时，TC16 钛合金丝材的显微硬度由初始的 266 HV 提高至 365 HV，提高了 99 HV。



参考文献

[1] Terada D, Inoue S, Tsuji N. Microstructure and mechanical properties of commercial purity titanium severely deformed by ARB process [J]. J. Mater. Sci., 2007, 42: 1673

[2] Gunderov D V, Polyakov A V, Semenova I P, et al. Evolution of microstructure, macrotexture and mechanical properties of commercially pure Ti during ECAP-conform processing and drawing [J]. Mater. Sci. Eng., 2013, A562: 128

[3] Mishnaevsky L Jr, Levashov E, Valiev R Z, et al. Nanostructured titanium-based materials for medical implants: modeling and development [J]. Mater. Sci. Eng., 2014, R81: 1

[4] Sabirov I, Perez-Prado M T, Molina-Aldareguia J M, et al. Anisotropy of mechanical properties in high-strength ultra-fine-grained pure Ti processed via a complex severe plastic deformation route [J]. Scr. Mater., 2011, 64: 69

[5] Stolyarov V V, Zhu Y T, Lowe T C, et al. A two step SPD processing of ultrafine-grained titanium [J]. Nanostruct. Mater., 1999, 11: 947

[6] Li Z M, Fu L M, Fu B, et al. Effects of annealing on microstructure and mechanical properties of nano-grained

titanium produced by combination of asymmetric and symmetric rolling [J]. Mater. Sci. Eng., 2012, A558: 309

[7] Yapici G G, Karaman I, Luo Z P. Mechanical twinning and texture evolution in severely deformed Ti-6Al-4V at high temperature [J]. Acta Mater., 2006, 54: 3755

[8] Saitova L R, Höppel H W, Göken M, et al. Fatigue behavior of ultrafine-grained Ti-6Al-4V 'ELI' alloy for medical applications [J]. Mater. Sci. Eng., 2009, A503: 145

[9] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation [J]. Prog. Mater. Sci., 2000, 45: 103

[10] Wang Y C, Longdon T G. Effect of heat treatment on microstructure and microhardness evolution in a Ti-6Al-4V alloy processed by high-pressure torsion [J]. J. Mater. Sci., 2013, 48: 4646

[11] Wang Y C, Longdon T G. Influence of phase volume fractions on the processing of a Ti-6Al-4V alloy by high-pressure torsion [J]. Mater. Sci. Eng., 2013, A559: 861

[12] Ko Y G, Jung W S, Shin D H, et al. Effects of temperature and initial microstructure on the equal channel angular pressing of Ti-6Al-4V alloy [J]. Scr. Mater., 2003, 48: 197

[13] Yilmazer H, Niinomi M, Nakai M, et al. Mechanical properties of a medical β-type titanium alloy with specific microstructural evolution through high-pressure torsion [J]. Mater. Sci. Eng., 2013, C33: 2499

[14] Yilmazer H, Niinomi M, Cho K, et al. Microstructural evolution of precipitation-hardened β-type titanium alloy through high-pressure torsion [J]. Acta Mater., 2014, 80: 172

[15] Cojocaru V D, Raducanu D, Gordin D M, et al. Texture evolution during ARB (Accumulative Roll Bonding) processing of Ti-10Zr-5Nb-5Ta alloy [J]. J. Alloys Compd., 2013, 546: 260

[16] Lin Z J, Wang L Q, Xue X B, et al. Microstructure evolution and mechanical properties of a Ti-35Nb-3Zr-2Ta biomedical alloy processed by equal channel angular pressing (ECAP) [J]. Mater. Sci. Eng., 2013, C33: 4551

[17] Kent D, Wang G, Yu Z T, et al. Strength enhancement of a biomedical titanium alloy through a modified accumulative roll bonding technique [J]. J. Mech. Behav. Biomed. Mater., 2011, 4: 405

[18] Semiatin S L, Bieler T R. The effect of alpha platelet thickness on plastic flow during hot working of Ti-6Al-4V with a transformed microstructure [J]. Acta Mater., 2001, 49: 3565

[19] Zherebtsov S, Murzinova M, Salishchev G, et al. Spheroidization of the lamellar microstructure in Ti-6Al-4V alloy during warm deformation and annealing [J]. Acta Mater., 2011, 59: 4138

[20] Park C H, Kim J H, Yeom J T, et al. Formation of a submicrocrystalline structure in a two-phase titanium

alloy without severe plastic deformation [J]. Scr. Mater., 2013, 68: 996

[21] Matsumoto H, Bin L, Lee S H, et al. Frequent occurrence of discontinuous dynamic recrystallization in Ti-6Al-4V alloy with α′ martensite starting microstructure [J]. Metall. Mater. Trans., 2013, 44A: 3245

[22] Zhang Z Q, Dong L M, Yang Y, et al. Microstructure refinement of a dual phase titanium alloy by severe room temperature compression [J]. Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 2012, 22: 2604

[23] Pilarczyk J W, Dyja H, Golis B, et al. Effect of roller die drawing on structure, texture and other properties of high carbon steel wires [J]. Met. Mater., 1998, 4: 727

[24] Pilarczyk J W, van Houtte P, Aernoudt E. Effect of hydrodynamic and roller die drawing on the texture of high carbon steel wires [J]. Mater. Sci. Eng., 1995, A197: 97

[25] Asakawa M, Shigeta H, Shimizu A, et al. Experiments on and finite element analyses of the tilting of fine steel wire in roller die drawing [J]. ISIJ Inter., 2013, 53: 1850

[26] Nam W J, Bae C M. Microstructural evolution and its relation to mechanical properties in a drawn dual-phase steel [J]. J. Mater. Sci., 1999, 34: 5661

[27] Xu Y F, Yi D Q, Liu H Q, et al. Effects of cold deformation on microstructure, texture evolution and mechanical properties of Ti-Nb-Ta-Zr-Fe alloy for biomedical applications [J]. Mater. Sci. Eng., 2012, A547: 64

[28] Zhang H Y, Zeng W D, Wang G, et al. On the deformation mechanisms and strain rate sensitivity of a metastable β Ti-Nb alloy [J]. Scr. Mater., 2015, 107: 34

[29] Moiseev V N. High-strength titanium alloy VT16 for manufacturing fasteners by the method of cold deformation [J]. Met. Sci. Heat Treat., 2001, 43: 73

[30] Kim H Y, Ikehara Y, Kim J I, et al. Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti-Nb binary alloys [J]. Acta Mater., 2006, 54: 2419

[31] Cahn R W, Haasen P. Physical Metallurgy [M]. 4th Ed., Amsterdam: Elsevier Science, 1996: 1

[32] Ankem S, Margolin H, Greene C A, et al. Mechanical properties of alloys consisting of two ductile phases [J]. Prog. Mater. Sci., 2006, 51: 632

[33] Ankem S, Margolin H. The role of elastic interaction stresses on the onset of plastic flow for oriented two ductile phase structures [J]. Metall. Trans., 1980, 11A: 963

[34] Greene C A, Ankem S. Modelling of elastic interaction stresses in two-phase materials by FEM [J]. Mater. Sci. Eng., 1995, A202: 103

[35] Wyatt Z, Ankem S. The effect of metastability on room temperature deformation behavior of β and $\alpha+\beta$

titanium alloys [J]. J. Mater. Sci., 2010, 45: 5022

[36] Langdon T G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: achieving exceptional properties through grain refinement [J]. Acta Mater., 2013, 61: 7035

